

**MEMORIA FINAL JUSTIFICATIVA DEL PROYECTO DE INNOVACIÓN  
DOCENTE (ID2017/049)**

**IMPLEMENTACIÓN DE METODOLOGÍAS ACTIVAS (MÉTODO DEL  
CASO) EN DOCENCIA VIRTUAL PARA ASIGNATURAS PRÁCTICAS Y  
TEÓRICAS DEL GRADO EN QUÍMICA, GRADO EN INGENIERÍA QUÍMICA,  
MÁSTER EN QUÍMICA SUPRAMOLECULAR Y MÁSTER EN INGENIERÍA  
QUÍMICA DE LA FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS**

**Financiación del proyecto ID2017/049: 755,96 Euros**

**Coordinador:** Carmen M<sup>a</sup> del Hoyo Martínez

**Participantes:** Vicente Sánchez Escribano

María Vicenta Villa García

M<sup>a</sup> Elena Pérez Bernal

## INTRODUCCIÓN

El desarrollo de este Proyecto Docente, está enfocado a las asignaturas de carácter teórico-práctico que se imparten en los Grados en Química y en Ingeniería Química, Máster en Química Supramolecular, y Máster en Ingeniería Química, y que están asignadas directamente al área de Química Inorgánica.

Las asignaturas que podrían beneficiarse con este proyecto de innovación serían:

- Química Inorgánica I (2º Grado en Química).
- Química Inorgánica II (2º Grado en Química).
- Experimentación en Química Inorgánica (2º Grado en Química).
- Trabajo Fin de Grado (4º Grado en Química y 4º Grado en Ingeniería Química).
- Ciencia de los Materiales (3º Grado en Ingeniería Química).
- Industrias de Materiales Inorgánicos (Máster en Ingeniería Química).
- Materiales Inorgánicos Nanoestructurados. Aplicación en Sostenibilidad Ambiental y Química Médica (Máster en Química Supramolecular).
- Síntesis y Diseño de Materiales Inorgánicos Avanzados. Técnicas Experimentales para su Estudio (Máster en Química Supramolecular).

En las asignaturas que contienen créditos prácticos, es necesario elaborar experiencias de laboratorio. En este sentido, se ha diseñado un método catalítico para la obtención de ácido sulfúrico que no ha sido realizado con anterioridad en las asignaturas prácticas de grado y máster mencionadas anteriormente.

Los profesores participantes en este proyecto acumulan una gran experiencia en la impartición de asignaturas de tipo práctico y teórico en los grados en Química e Ingeniero Químico, además han participado en la docencia de másteres universitarios.

Los profesores implicados son:

Dña. Carmen M<sup>a</sup> del Hoyo Martínez  
D.Vicente Sánchez Escribano  
Dña. María Vicenta Villa García  
Dña. Elena Pérez Bernal

## **OBJETIVO GENERAL**

Puesta a punto de un diseño para la obtención de ácido sulfúrico en el laboratorio.

El estudio de los catalizadores y soporte de catalizadores, así como la puesta a punto del diseño, ha permitido la realización de un Trabajo de Fin de Grado en Química que se defenderá en la convocatoria de julio de 2018.

El diseño realizado y el desarrollo de la obtención de ácido sulfúrico junto con los resultados obtenidos se incorporarán a la plataforma studium para que los alumnos puedan seguir de forma virtual y/o semipresencial la práctica objeto de estudio en el curso 2018-2019.

## **OBJETIVOS PARTICULARES**

El experimento diseñado consta de cuatro fases:

- 1.-Síntesis y caracterización de los catalizadores activos en la conversión de  $\text{SO}_2$  a  $\text{SO}_3$ .
- 2.-Oxidación de  $\text{SO}_2$  a  $\text{SO}_3$  sobre el catalizador obtenido en reactor de flujo.
- 3.-Caracterización por espectroscopía infrarroja (FT-IR) de  $\text{SO}_2$  y  $\text{SO}_3$ , a la entrada y salida del reactor, respectivamente
- 4.-Determinación de la acidez de ácido sulfúrico en una disolución acuosa (volumetría ácido-base).

Los compuestos inorgánicos sintetizados se caracterizaron por técnicas espectroscópicas utilizadas habitualmente en la caracterización de compuestos inorgánicos, como son análisis térmicos (ATG, DTA), isothermas de adsorción-desorción de nitrógeno, difracción de rayos X, espectroscopías visible-ultravioleta, espectroscopía infrarroja (FT-IR).

Para el montaje de los experimentos se necesitó dotar al laboratorio del material adecuado. Por lo que la financiación concedida se utilizó tanto para la adquisición de los productos de laboratorio como para el material fungible necesario para comenzar a impartir dicha asignatura.

## CONSECUCCIÓN DE LOS OBJETIVOS

En cuanto a los objetivos propuestos, el alumno de 4º de Grado en Química, ha sintetizado y caracterizado el sistema  $\text{TiO}_2/\text{V}_2\text{O}_5$ . El estudio de este sistema ha permitido al alumno realizar su Trabajo fin de grado que lo defenderá en la convocatoria de julio de 2018.

El sistema  $\text{TiO}_2/\text{V}_2\text{O}_5$  se preparó por un método de impregnación, con aplicación industrial en catálisis heterogénea tal como la síntesis de ácido sulfúrico y que nosotros lo utilizamos para el diseño del experimento.

El soporte utilizado en este trabajo ha sido óxido de titanio comercial,  $\text{TiO}_2$  P-25, suministrado por la casa comercial Degusa (Frankfurt), pureza 99.9%, peso molecular 89.9g/mol, 78% de fase anatasa y el resto rutilo de color blanco.

Para la fase activa se utilizó, metavanadato amónico ( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ ), pureza 97%, peso molecular 116,98 g/mol y color blanco.

El  $\text{TiO}_2$ , ha sido caracterizado por varias técnicas con objeto de tener un conocimiento más amplio acerca de su estructura y propiedades.

La difracción de rayos X permitió observar una mezcla de las fases anatasa y rutilo (79/21) con picos muy bien definidos, sintomáticos de una alta cristalinidad (JCPDS 21-1272) y (JCPDS 21-1276).

El comportamiento térmico se estudió mediante las curvas DTG-DTA y permitió estudiar la influencia de la temperatura en los procesos de transformación que afectan a la superficie.

Los datos texturales se realizaron mediante las isothermas adsorción-desorción de nitrógeno, las isothermas, de acuerdo con la clasificación IUPAC, son de tipo II con áreas superficiales bajas,  $S_{\text{BET}}$  de 47m<sup>2</sup>/g y con valores máximos de diámetros de poro comprendidos en el intervalo 2-3.5 nm.

La espectroscopía infrarroja, permitió detectar una banda ancha centrada a  $425\text{ cm}^{-1}$ , correspondiente a los modos vibracionales activos Ti-O.

La espectroscopía visible-ultravioleta, se caracterizó por presentar una fuerte absorción en la zona ultravioleta con dos máximos centrados a 320 y 240 nm, que se asignan a una transferencia de carga desde la banda de valencia 2p del  $\text{O}^{2-}$  hasta la banda de conducción de carácter 3d del  $\text{Ti}^{4+}$ .

El sistema  $\text{V}_2\text{O}_5/\text{TiO}_2$ , obtenido por impregnación se caracterizó por las mismas técnicas instrumentales utilizadas para el estudio del soporte  $\text{TiO}_2$ .

Los análisis térmicos han servido para obtener una visión global de la estabilidad térmica del sistema y conocer las zonas en las cuales es potencialmente aplicable para la catálisis.

Los datos texturales del sistema obtenido directamente por impregnación y el calcinado a  $500^\circ\text{C}$ , indican una pequeña disminución de la superficie específica, las curvas son muy estilizadas y los ciclos de histéresis muy pequeños, con un incremento de los diámetros de poros como consecuencia de la difusión de parte de los cationes al interior de la red. Este hecho es el resultado del recubrimiento de los poros más pequeños que aparecían en el soporte óxido de titanio, por parte de los cristales de la fase activa, que los rayos X no detectaban al ser de tamaño extremadamente pequeño.

En los registros de rayos X del sistema  $\text{V}_2\text{O}_5/\text{TiO}_2$  impregnado y calcinado a  $500^\circ\text{C}$ , se observó una nueva fase identificada como óxido de vanadio (V), denominada Shcherbinaite (JCPDS 09-0387), además de las reflexiones características de los dos polimorfos del óxido de titanio (anatasa y rutilo), las fases presentan una gran cristalinidad con valores de Intensidad máximas de aproximadamente 3000 n.c.

La espectroscopía infrarroja, permitió detectar una banda centrada a  $995\text{ cm}^{-1}$  asignada a la vibración de tensión de especies vanadilo,  $\text{V}=\text{O}$ , ligadas a la superficie.

La espectroscopía visible-UV, se detectaron bandas centradas aproximadamente a 480 y 320 nm, que se han relacionado con Transferencias de carga del  $\text{O}^{2-} \rightarrow \text{V}^{5+}$ , pero

su posición sufre variaciones dependiendo del tratamiento realizado y de la cantidad de fase activa soportada sobre el  $\text{TiO}_2$ . En el sistema  $\text{V}_2\text{O}_5/\text{TiO}_2$  calcinado a  $500^\circ\text{C}$  se detectó una banda de muy baja intensidad centrada a 650 nm asignada a transiciones d-d de especies de vanadio (IV) y (III).

En una segunda fase se probó la actividad catalítica del sistema  $\text{V}_2\text{O}_5/\text{TiO}_2$  en la conversión de  $\text{SO}_2$  a  $\text{SO}_3$  y la posterior formación de ácido sulfúrico. Para ello se diseñó un montaje para la obtención de  $\text{SO}_2$  que posteriormente se hacía pasar por una celda de infrarrojo acoplada a un tubo de reacción, termostatzado a  $350^\circ\text{C}$ , que contenía el catalizador activo en la oxidación de  $\text{SO}_2$  a  $\text{SO}_3$ . El  $\text{SO}_3$  se disolvió en agua para la obtención de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  cuya concentración se determinó por valoración frente a  $\text{NaOH}$ , utilizando fenoftaleina como indicador. El diseño esquematizado permite analizar la presencia de  $\text{SO}_2$  y  $\text{SO}_3$  (a la entrada y salida del reactor, respectivamente) mediante la asignación de los modos de vibración correspondientes a ambas especies químicas. En la Figura 1 se representa el diseño.

El alumno, elaboró un informe donde puso de manifiesto los resultados obtenidos, que le permitirá desarrollar y defender el Trabajo Fin de Grado en Química.

El estudio y puesta punto, así como la incorporación de este método como práctica experimental en la asignatura “Experimentación en Química Inorgánica”, la consideramos de especial relevancia, porque es básicamente análogo al método industrial usado actualmente en la obtención del ácido sulfúrico.

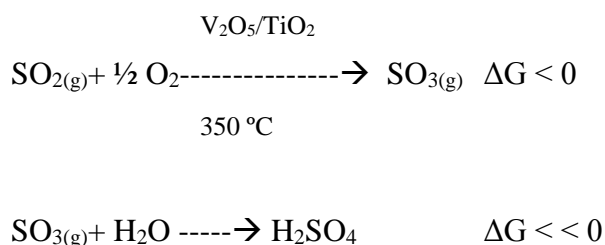


Figura 1.-Diseño para la obtención de ácido sulfúrico

